

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

TRANSPARENT AND WATER-REPELLENT COATING FILM AND ITS PRODUCTION

Patent Number: JP10265242

Publication date: 1998-10-06

Inventor(s): NISHIMORI HIDEKI; HASHIMOTO AKIRA; TADA KIYOSHI; SOMIYA KAZUHISA

Applicant(s): SHOWA ALUM CORP

Requested Patent: JP10265242

Application Number: JP19970069844 19970324

Priority Number(s):

IPC Classification: C03C17/30

EC Classification:

Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To attain excellent hydrophobicity by coating an oxide coating film consisting essentially of SiO₂ with a sol consisting essentially of a silane coupling agent having a fluorinated carbon chain so as to have surface hardness equal to or above a specific pencil hardness, integrally forming the oxide film on the dense layer and making the whole surface to be a fine rugged layer.

SOLUTION: The oxide film 1 consisting essentially of SiO₂ and having 0.1-10 &mu m film thickness T is formed on the surface of a transparent substrate such as a glass by a sol-gel method. The oxide film 1 is composed of the dense layer 2 and the surface roughened rugged layer 3 integrally formed thereon and having fine ruggedness formed on the whole surface. As for surface roughness the max. height Rmax is 0.02-0.2 &mu m, and the interval W from a recessed part 4 to the nearest recessed part 4 or from a projecting part 5 to the nearest projection part 5 is 0.02-0.2 &mu m. The water-repellent film having the surface hardness of >=9H pencil hardness and >=120 deg. contact angle to water is obtained by coating the oxide film 1 with the sol consisting essentially of the silane coupling agent such as CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂CH₂Si(OCH₃)₃ ((n) is an integer).

Data supplied from the esp@cenet database - I2

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

BEST AVAILABLE COPY

(19)【発行国】日本国特許庁

(12)公開特許公報(A)

(11)【公開番号】特開平10-265242
(43)【公開日】平成10年(1998)10月6日

(51)【国際特許分類第6版】

C03C 17/30

【FI】

C03C 17/30 B

【審査請求】未請求【請求項の数】11【出願形態】OL【全頁数】6

(21)【出願番号】特願平9-69844

(22)【出願日】平成9年(1997)3月24日

(71)【出願人】

【識別番号】000186843

【氏名又は名称】昭和アルミニウム株式会社

【住所又は居所】大阪府堺市海山町6丁224番地

(72)【発明者】

【氏名】西森 秀樹

【住所又は居所】堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

(72)【発明者】

【氏名】橋本 明

【住所又は居所】堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

(72)【発明者】

【氏名】多田 清志

【住所又は居所】堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

(72)【発明者】

【氏名】宗宮 和久

【住所又は居所】堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会社内

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】岸本 瑛之助(外3名)

(54)【発明の名称】透明はっ水皮膜およびその製造方法

BEST AVAILABLE COPY

(57)【要約】

【課題】透明性に優れたものにする。水との接触角を大きくし、はっ水性に優れたものにする。表面硬度が大きくて耐久性に優れたものにする。

【解決手段】ゾルーゲル法により形成されかつSiO₂を主成分とする酸化物膜1に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすることにより形成された透明はっ水皮膜である。表面硬度が鉛筆硬度で9H以上である。酸化物膜1が、緻密層2と、緻密層2上に一体に形成されかつ表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層3となる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ゾルーゲル法により形成されかつSiO₂を主成分とする酸化物膜に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすることにより形成されているとともに、表面硬度が鉛筆硬度で9H以上となされており、酸化物膜が、緻密層と、緻密層上に一体に形成されかつ表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層とからなる透明はっ水皮膜。

【請求項2】酸化物膜の膜厚が0.1~10μmである請求項1記載の透明はっ水皮膜。

【請求項3】酸化物膜の凹凸層の表面粗さが最大高さR_{max}で0.02~0.2μmであり、凹部から最近接の凹部あるいは凸部から最近接の凸部までの間隔が0.02~0.2μmとなされている請求項1または2記載の透明はっ水皮膜。

【請求項4】酸化物膜の凹凸層の表面に、微細な凹凸に加え、さらに相当直径0.02~0.2μm、深さ0.02~0.2μmの孔が形成されている請求項1~3のいずれかに記載の透明はっ水皮膜。

【請求項5】フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤がフルオロアルキルシランである請求項1~4のうちのいずれかに記載の透明はっ水皮膜。

【請求項6】フルオロアルキルシランが、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(OCH₃)₃、CF₃(CF₂)_nC₂H₅CH₂Si(CH₃)(OCH₃)₂、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(Cl)₃、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(CH₃)(Cl)₂(但し式中n=0, 1, 2, 3, 4…である。)からなる群から選ばれた少なくとも1つの物質である請求項5記載の透明はっ水皮膜。

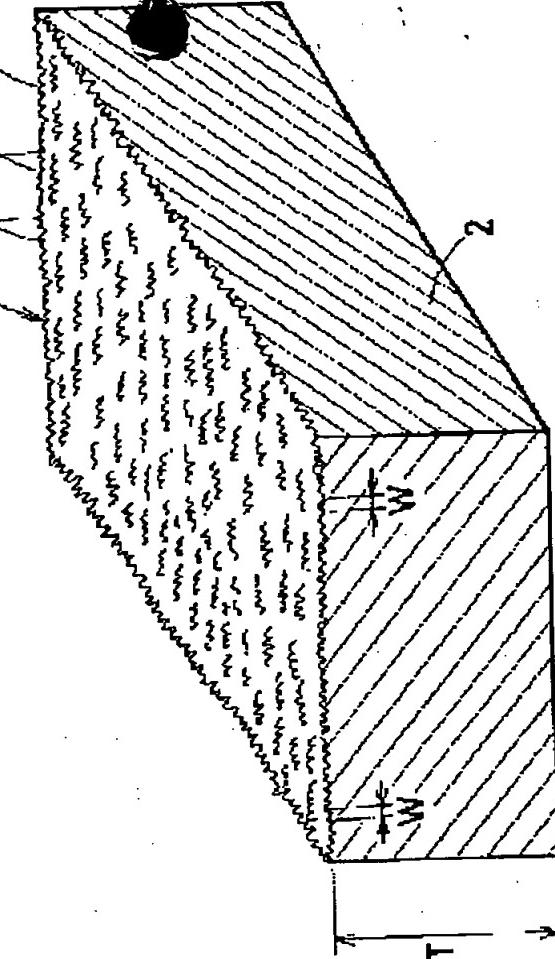
【請求項7】透明基板の表面に形成したさいの光透過率の低下が10%未満である請求項1~6のうちのいずれかに記載の透明はっ水皮膜。

【請求項8】水に対する接触角が120°以上である請求項1~7のうちのいずれかに記載の透明はっ水皮膜。

【請求項9】R₁nSi(OR₂)_{4-n}(但し式中R₁はアルキル基、フェニル基等の疎水基であり、R₂はアルキル基であり、n=1, 2である。)と、溶媒と、水と、酸触媒とよりなる液組成物に、酸化物粒子を混ぜ合わせたものを攪拌することにより得たゾルを基材に塗布して乾燥させることによりゲル膜とその後焼成して酸化物膜を形成する工程と、酸化物膜上に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤と、アルコールと、水と、酸触媒とよりなる液組成物を攪拌することにより得たゾルを塗布した後乾燥させ、400°C以下の温度で熱処理してはっ水性を付与する工程とを含むことを特徴とする透明はっ水皮膜の製造方法。

【請求項10】フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤がフルオロアルキルシランである請求項9記載の透明はっ水皮膜の製造方法。

【請求項11】フルオロアルキルシランが、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(OCH₃)₃、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(CH₃)(OCH₃)₂、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(Cl)₃、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(CH₃)(Cl)₂(但し式中n=0, 1, 2, 3, 4…である。)からなる群から選ばれた少なくとも1つの物質である請求項10記載の透明はっ水皮膜の製造方法。



【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、ガラスの表面にはっ水性を付与するために形成される透明はっ水皮膜およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】たとえばガラス板には、視界向上のための水滴付着防止、曇り止め、あるいは凍結防止等を目的としてはつ水性を付与して水との接触角を大きくすることが求められている。しかも、はつ水性が付与された後のガラス板は透明性を有するとともに、その表面が耐候性や耐磨耗性等の耐久性に優れていることも要求される。

【0003】従来、ガラス板の表面にはつ水性を付与する方法として、洗浄またはエッティングを施したガラス板の表面に透明はつ水コーティングを施して透明はつ水皮膜を形成する方法と、下地となる酸化物膜を作製した後はつ水処理して透明はつ水皮膜を形成する方法がある。一般に、透明はつ水皮膜のはつ水性と耐久性とを考慮した場合、下地となる酸化物膜を作製する後者の方法のほうが優れている。下地となる酸化物膜は、金属アルコキシドの加水分解およびその後の重縮合により得られるゾルを用いるゾルーゲル法によるコーティング、あるいはプラズマCVD、スパッタリング、真

エッティング等によく用いられる。しかし、アルコール存在下で加水分解、重縮合させた後塗布するか、ハロゲン等をイオン注入する方法等により透明はつ水皮膜が形成される。このような透明はつ水皮膜は、表面硬度が鉛筆硬度で8H以上であり、透明性にも優れているが、水に対する接触角は通常110°前後であり、十分なはつ水性を得られない。

【0004】また、凹凸を持った表面にはつ水コーティングを施すか、あるいははつ水性を有する物質を用いて凹凸を持った表面を得ることにより、水に対する接触角が150°以上の優れたはつ水性を得る例が多数報告されているが、ガラスへのコーティングに適した、硬さと透明性を有した例はない。

【0005】この発明の目的は、上記問題を解決し、透明性に優れているとともに、水との接触角が大きくてはつ水性に優れ、しかも表面硬度が大きくて耐久性に優れた透明はつ水皮膜およびその製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】この発明による透明はつ水皮膜は、ゾルーゲル法により形成されかつSiO₂を主成分とする酸化物膜に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすることにより形成されるとともに、表面硬度が鉛筆硬度で9H以上となされており、酸化物膜が、緻密層と、緻密層上に一体に形成されかつ表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層とからなるものである。

【0007】上記において、酸化物膜に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすると、酸化物膜の表面が改質され、はつ水性が付与される。

【0008】この発明の透明はつ水皮膜によれば、表面硬度が鉛筆硬度で9H以上となされているので、耐磨耗性等の耐久性に優れている。また、酸化物膜が、緻密層と、緻密層上に一体に形成されかつ表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層とからなるので、緻密層により液体の侵入が防止され、ガラス板等の透明基材の浸蝕が防止される。また、透明基材がソーダガラスからなる場合には、アルカリの透明はつ水皮膜表面への溶出によるはつ水成分の劣化を防止することができる。さらに、酸化物膜に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすることにより、酸化物膜の凹凸層表面の微細な凹凸による形状効果によって、従来のはつ水ガラスより優れたはつ水性が得られ、水に対する接触角が120°以上となる。

【0009】上記透明はつ水皮膜において、酸化物膜の膜厚が0.1~10μmであることが好ましい。

【0010】上記透明はつ水皮膜において、酸化物膜の凹凸層の表面粗さが最大高さR_{max}で0.02~0.2μmであり、凹部から最近接の凹部あるいは凸部から最近接の凸部までの間隔が0.02~0.2μmとなされていることが好ましい。また、酸化物膜の凹凸層の表面に、微細な凹凸に加え、さらに相当直径0.02~0.2μm、深さ0.02~0.2μmの孔が形成されていることが好ましい。ここで、相当直径とは、孔の横断面積と等しい面積を有する円の直径を意味する。

【0011】上記透明はつ水皮膜において、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤は、たとえばフルオロアルキルシランである。フルオロアルキルシランには、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(OCH₃)₃、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(CH₃)(OCH₃)₂、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(Cl)₃、CF₃(CF₂)_nCH₂CH₂Si(CH₃)(Cl)₂(但し式中n=0, 1, 2, 3, 4...)である。等がある。

【0012】上記透明はつ水皮膜において、透明基板の表面に形成したさいの光透過率の低下が10%未満であることが好ましい。この程度であれば、透明性は十分である。なお、これは透明基板の表面が鏡面である場合であって、透明基板の表面に微細な疵が存在している場合には、この疵が酸化物膜で埋められるので、光透過率が逆に向上升する場合がある。

【0013】上記透明はつ水皮膜において、水に対する接触角は120°以上である。

【0014】この発明による透明はつ水皮膜の製造方法は、R₁nSi(OR₂)_{4-n}(但し式中R₁はアルキル基、フェニル基等の疎水基であり、R₂はアルキル基であり、n=1, 2である。)と、溶媒と、水と、酸触媒とよりなる液組成物に、酸化物粒子を混ぜ合わせたものを攪拌することにより得たゾルを基材に塗布して乾燥させることによりゲル膜とし、その後焼成して酸化物膜を形成する工程と、酸化物膜上に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤と、アルコールと、水と、酸触媒とよりなる液組成物を攪拌することにより得たゾルを塗布した後乾燥させ、400°C以下の温度で熱処理してはつ水性を付与する工程とを含むことを特徴とするものである。

BEST AVAILABLE COPY

【0015】上記製造方法において、酸化物膜を形成するための溶媒としては、イソプロパノール、エタノール、メタノール等の低級アルコールが単独もしくは混合して用いられ、またはこれらにブタノールやブタノールより炭素数の多いアルコールを適量添加して用いられる。あるいは、これらにエーテル、ケトン、アミド等の有機溶媒が添加される場合もある。

【0016】上記製造方法において、酸化物膜を形成するさいのR_{1-n}Si(OR₂)_{4-n}と、溶媒と、水と、O₂であり、目的に応じて他の金属酸化物を適量添加しても良い。酸化物粒子の粒径は5nm～0.2μmであることが好ましい。

[0017] 上記製造方法において、酸化物膜を形成するさいのR1-n Si(OR2)4-nと、溶媒と、水と、酸触媒との混合比は、好ましくはモル比で1:1~20:1~20:0.00001~0.3である。

【0018】上記製造方法において、酸化物膜を形成するさいの焼成は300～800°Cで30秒～60秒である。

【0019】上記製造方法において、酸化物膜を形成するさいの焼成は300～800°Cで30秒～60分間加熱することにより行う。

【0020】上記製造方法において、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルを塗布するさいのフッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤と、アルコールと、水と、酸触媒との混合比率は、好ましくはモル比で1:1～100:0.1～50:0.00001～0.1である。

は、好ましくはモル比で1:1～100:0.1～50:0.00001～0.1である。
 【0021】上記製造方法において、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルを塗布した後、熱処理を400°C以下で行うのは、400°Cを越える高温で焼成すると、フッ化炭素鎖のC—F結合が熱分解するおそれがあり、このC—F結合の熱分解が水に対する接触角の低下を招くから、
 た後、200～400°Cで1時間以下の条件で行うのが好ましい。

た後、200~400°Cで1時間以下の条件で行つのが好ましい。【0022】また、上記製造方法において、各工程におけるゾルの塗布は、ディッピング、スピンドルコート、

た後、【0022】また、上記製造方法において、各工程におけるソルの塗布は、ナイフレン、スピニコートなど如何なる方法でも可能である。スピニコートとは、基材表面にソルを滴下した後、スプレー一コートなど遠心力により塗布する方法である。また、酸化物膜上の余分なフルオロアルキルシランからの生成物は熱処理により除去できるため、塗布は何度行ってもよい。

物は熱処理により除去できるため、塗布は何度行つてもよい。
【0023】この発明の透明はっ水皮膜の製造方法によれば、2つの工程によって、上述したような特徴を有する透明はっ水皮膜を製造することができる。

【0024】
【0025】実施の形態】以下、この発明の実施の形態を、図面を参照して説明する。

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施の形態を、図面を参照して説明する。

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施の形態について記述する。
【0025】図1はこの発明による透明はっ水皮膜の酸化物膜を示す。
【0026】この発明による透明はっ水皮膜は、ゾルーゲル法により形成されかつSiO₂を主成分とする酸化物膜に、フッ化炭素鎖を持つシランカップリング剤を主成分とするゾルをコーティングすることにより形成されているとともに、表面硬度が鉛筆硬度で9H以上となされているものである。透明はっ水皮膜を透明基板の表面に形成したさいの光透過率の低下は10%未満である。また、透明はっ水皮膜の水に対する接触角は120°以上である。図1に示すように、酸化物膜(1)は、緻密層(2)と、緻密層(2)上に一体に形成されかつ表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層(3)からなる。

【0027】酸化物膜(1)の膜厚(T)は、 $0.1\sim10\mu\text{m}$ である。また、酸化物膜(1)の凹凸層(3)の表面粗さは最大高さ R_{\max} で $0.02\sim0.2\mu\text{m}$ であり、凹部(4)から最近接の凹部(4)あるいは凸部(4)までの距離(W)が $0.02\sim0.2\mu\text{m}$ となされている。

(5) から最近接の凸部(5)までの間隔(W)が $0.02\sim0.2\mu\text{m}$ となされている。
 【0028】図2は酸化物膜の変形例を示す。図2において、酸化物膜(10)は、図1に示す酸化物膜(1)
 の場合の凹凸層(3)の表面に、微細な凹凸に加え、さらに相当直径(D) $0.02\sim0.2\mu\text{m}$ 、深さ(S)
 $0.02\sim0.2\mu\text{m}$ の孔(11)が形成されたものである。

【0029】
【実施例と比較例】以下、この発明の具体的実施例を比較例とともに説明する。

とによりソルを得た。次いで、このソル中にガラス板を投入して、
上げ、乾燥させた後、550°Cで5分間焼成し、ガラス板の両面に酸化物膜を形成した。
【0031】ガラス板の両面に形成された酸化物膜をSEMにより観察したところ、膜厚は2.7 μmで
あり、緻密層に上に、表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層が一体に形成され
ていた。凹凸層の表面粗さは最大高さR_{max}で0.02~0.15 μmであり、凹部から最近接の凹部
までの距離は約0.5 μmである。
また、凹凸層の表面には、直径約0.5 μmの孔が5×10⁹

に、相当微細な凹凸に加えて相当直径0.02~0.1μm、深さ0.02~0.1μmの孔が 5×10^9 個以上形成されていた。

【0032】次に、フルオロアルキルシランとして $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ を用い、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 、2-プロパノール、水、塩酸のモル比が 1:40:4:0.005 とな

るよう原料を混合し、攪拌す~~ること~~によりはっ水コーティング用ゾルを~~した~~。ついで、はっ水コーティング用ゾルを酸化物膜表面に~~絹毛~~を用いて塗布し、200°Cで5分間熱処理した後、さらに400°Cで5分間熱処理することによりはっ水処理を施してガラス板の両面に透明はっ水皮膜を形成した。

【0033】両面に透明はっ水皮膜が形成されたガラス板の水に対する接触角を測定したところ、134°であった。

【0034】両面に透明はっ水皮膜が形成された上記ガラス板の透過率を、測定波長域400~700nmで測定したところ、94~95%であった。なお、用いたガラス板自体の透過率は測定波長域400~700nmで90~91%である。

【0035】また、ガラス板に形成された透明はっ水皮膜の鉛筆硬度は9Hであった。

【0036】なお、透明はっ水皮膜が形成されたガラス板の透過率がガラス板自体の透過率を上回るのは、用いたガラス板自体の粗面を酸化物膜が埋めるためと考えられる。

【0037】実施例2 ガラス板の引き上げ速度が5mm/秒であること以外は実施例1と同様にしてガラス板の両面に透明はっ水皮膜の酸化物膜を形成した。

【0038】ガラス板の両面に形成された酸化物膜をSEMにより観察したところ、膜厚は1.5μmであり、緻密層上に、表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層が一体に形成されていた。凹凸層の表面粗さは最大高さRmax 0.02~0.1μmであり、凹部から最近接の凹部あるいは凸部から最近接の凸部までの間隔は0.02~0.1μmであった。さらに、凹凸層の表面に、微細な凹凸に加えて相当直径0.02~0.07μm、深さ0.02~0.07μmの孔が5×109個/cm²以上形成されていた。

【0039】次に、実施例1と同様にしてはっ水処理を施し、ガラス板の両面に透明はっ水皮膜を形成した。

【0040】両面に透明はっ水皮膜が形成されたガラス板の水に対する接触角を測定したところ、126°であった。

【0041】両面に透明はっ水皮膜が形成された上記ガラス板の透過率を、測定波長域400~700nmで測定したところ、93~95%であった。

【0042】また、ガラス板に形成された透明はっ水皮膜の鉛筆硬度は9Hであった。

【0043】実施例3 ガラス板の引き上げ速度が2mm/秒であること以外は実施例1と同様にしてガラス板の表面に透明はっ水皮膜の酸化物膜を形成した。

【0044】ガラス板の両面に形成された酸化物膜をSEMにより観察したところ、膜厚は0.7μmであり、緻密層上に、表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層が一体に形成されていた。凹凸層の表面粗さは最大高さRmax 0.02~0.08μmであり、凹部から最近接の凹部あるいは凸部から最近接の凸部までの間隔は0.02~0.08μmであった。さらに、凹凸層の表面に、微細な凹凸に加えて相当直径0.02~0.05μm、深さ0.02~0.05μmの孔が5×109個/cm²以上形成されていた。

【0045】次に、実施例1と同様にしてはっ水処理を施し、ガラス板の両面に透明はっ水皮膜を形成した。

【0046】両面に透明はっ水皮膜が形成されたガラス板の水に対する接触角を測定したところ、124°であった。

【0047】両面に透明はっ水皮膜が形成された上記ガラス板の透過率を、測定波長域400~700nmで測定したところ、92~95%であった。

【0048】また、ガラス板に形成された透明はっ水皮膜の鉛筆硬度は9Hであった。

【0049】実施例4 焼成条件が500°Cで10分であること以外は実施例1と同様にしてガラス板の両面に透明はっ水皮膜の酸化物膜を形成した。

【0050】ガラス板の両面に形成された酸化物膜をSEMにより観察したところ、膜厚は2.7μmであり、緻密層上に、表面全体に微細な凹凸が形成されて粗面化された凹凸層が一体に形成されていた。凹凸層の形態は実施例1と同様であった。

【0051】次に、熱処理を400°Cで10分間の条件で1度だけ行うこと以外は実施例1と同様にしてはっ水処理を施し、ガラス板の両面に透明はっ水皮膜を形成した。

【0052】両面に透明はっ水皮膜が形成されたガラス板の水に対する接触角を測定したところ、128°であった。

【0053】両面に透明はっ水皮膜が形成された上記ガラス板の透過率を、測定波長域400~700nmで測定したところ、93~95%であった。

【0054】また、ガラス板に形成された透明はっ水皮膜の鉛筆硬度は9Hであった。

【0055】比較例 透明はっ水皮膜の酸化物膜の原料として、テトラエトキシシランと、メチルトリエトキシシランと、2-プロパノールと、水と、塩酸を原料として用意した。テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、2-プロパノール、水、塩酸のモル比が0.9:0.1:5:4:0.005となるように原料を混合し、メチルトリエトキシシランおよびテトラエトキシシランを加水分解、縮合重合させることによりゾルを得た。ついで、このゾル中にガラス板を浸漬し、1mm/秒の引き上げ速度で引き上げ、乾燥させた後、500°Cで10分間焼成し、ガラス板の表面に酸化物膜を形成した。

【0056】ガラス板の両面に形成された酸化物膜をSEMにより観察したところ膜厚は0.07μmであった。酸化物膜表面は平滑で凹凸は存在しなかった。

【0057】次に実施例4と同様にしてはつ水処理を施し、ガラス板の両面上に透明はつ水皮膜を形成した。

【0058】両面に透明はつ水皮膜が形成されたガラス板の水に対する接触角を測定したところ、10°であった。

【0059】両面に透明はつ水皮膜が形成された上記ガラス板の透過率を、測定波長域400～700nmで測定したところ、93～95%であった。

【0060】また、ガラス板に形成された透明はつ水皮膜の鉛筆硬度は9Hであった。

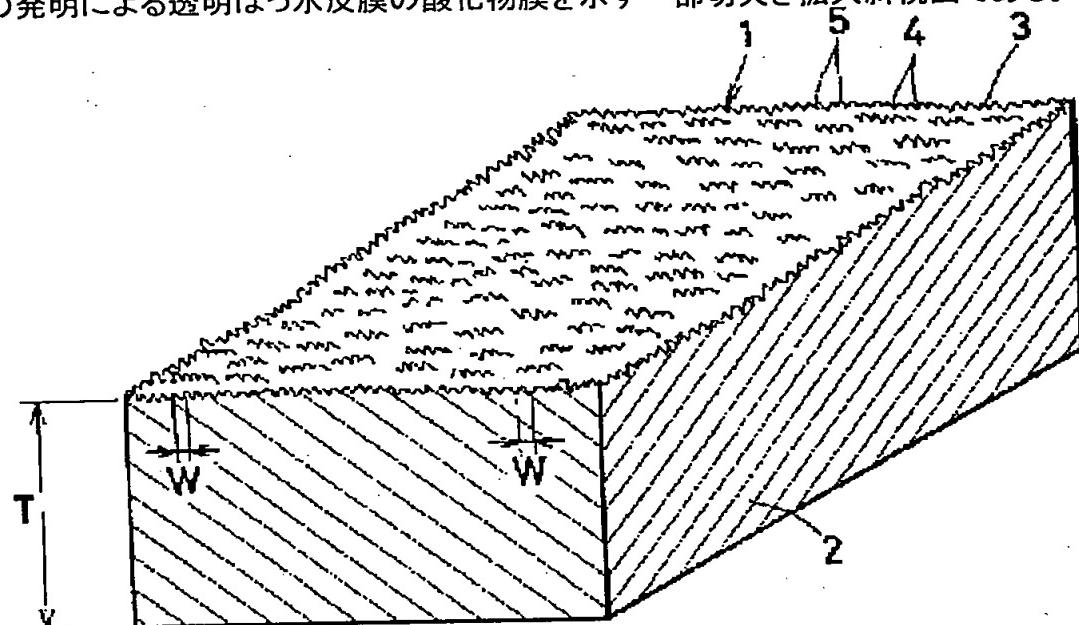
【図面の簡単な説明】

【図1】この発明による透明はつ水皮膜の酸化物膜を示す一部切欠き拡大斜視図である。

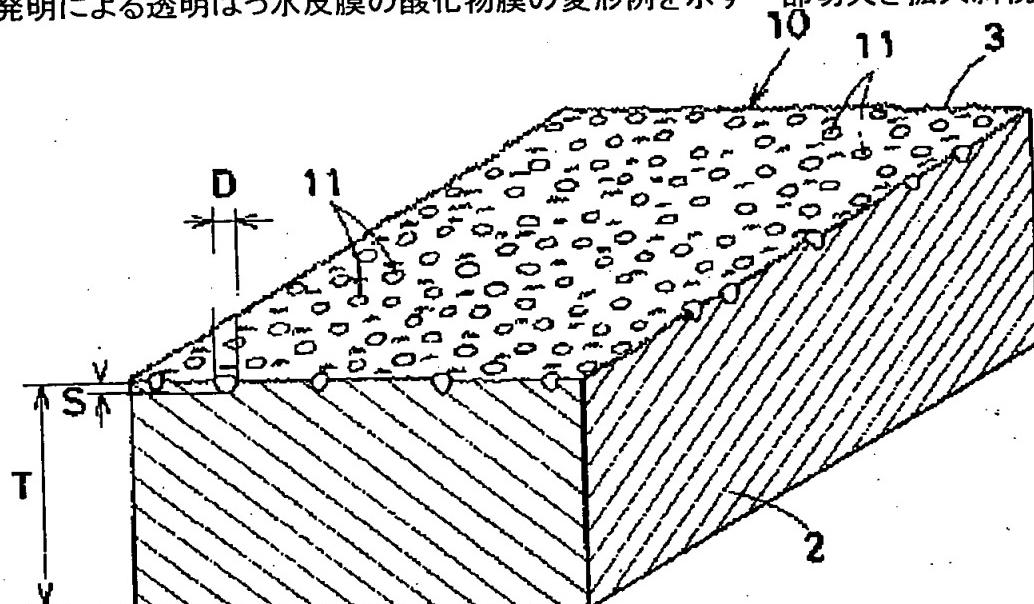
【図2】この発明による透明はつ水皮膜の酸化物膜の変形例を示す一部切欠き拡大斜視図である。

【符号の説明】(1)(10): 酸化物膜 (2): 繊密層 (3): 凹凸層

【図1】この発明による透明はつ水皮膜の酸化物膜を示す一部切欠き拡大斜視図である。



【図2】この発明による透明はつ水皮膜の酸化物膜の変形例を示す一部切欠き拡大斜視図である。



BEST AVAILABLE COPY